

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 08-271903

(43)Date of publication of application : 18.10.1996

(51)Int.Cl.

G02F 1/1337  
// C09K 19/20  
C09K 19/22  
C09K 19/34

(21)Application number : 08-035754

(71)Applicant : CANON INC

(22)Date of filing : 31.01.1996

(72)Inventor : NAKAMURA KATSUTOSHI

(30)Priority

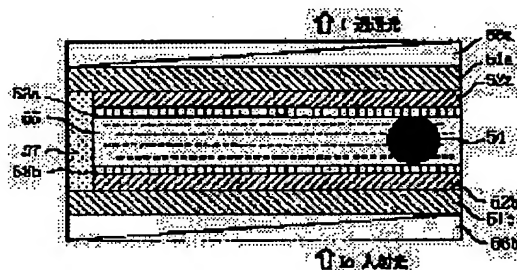
Priority number : 07 34691 Priority date : 01.02.1995 Priority country : JP

## (54) ORIENTATION TREATMENT OF LIQUID CRYSTAL, PRODUCTION OF LIQUID CRYSTAL ELEMENT AND LIQUID CRYSTAL ELEMENT

(57)Abstract

PURPOSE: To make it possible to obtain a good orientation state of a liquid crystal element for which liquid crystals not assuming a cholesteric state are used by subjecting liquid crystals to a temp. cycle treatment between a specific upper limit temp. and a specific lower limit temp.

CONSTITUTION: The liquid crystal element is formed by holding a chiral smectic liquid crystal layer 55 between a pair of electrode substrates 51a, 51b having transparent electrodes 52a, 52b and orientation control layers 53a, 53b. The orientation control layer on at least one substrate side is subjected to the uniaxial orientation treatment. The liquid crystals are subjected to such temp. cycle treatment that the upper limit temp. exists in the temp. range where an isotropic phase and a smectic phase coexist and the lower limit temp. exists in the temp. range where the smectic phase is exhibited. As a result, orientation defects are eliminated and the uniform liquid crystal orientation is obtd. The one cycle of the temp. cycle treatment is the SmC\* phase → (temp. rise) → I phase/SmA phase → (temp. fall) → SmC\* phase.



## LEGAL STATUS

{Date of request for examination} 20.09.2000

{Date of sending the examiner's decision of rejection]

{Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

{Date of final disposal for application]

{Patent number} 3416374

{Date of registration} 04.04.2003

{Number of appeal against examiner's decision of rejection]

{Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

THIS PAGE BLANK (USPTO)

THIS PAGE BLANK (USPTO)

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

THIS PAGE BLANK (USPTO)

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平8-271903

(43) 公開日 平成8年(1996)10月18日

(51) Int.Cl. <sup>8</sup>	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
G 0 2 F 1/1337	5 1 0		G 0 2 F 1/1337	5 1 0
// C 0 9 K 19/20			C 0 9 K 19/20	
19/22			19/22	
19/34			19/34	

審査請求 未請求 請求項の数22 F D (全 14 頁)

(21) 出願番号 特願平8-35754

(22) 出願日 平成8年(1996)1月31日

(31) 優先権主張番号 特願平7-34691

(32) 優先日 平7(1995)2月1日

(33) 優先権主張国 日本 (J P)

(71) 出願人 000001007

キヤノン株式会社

東京都大田区下丸子3丁目30番2号

(72) 発明者 中村 勝利

東京都大田区下丸子3丁目30番2号 キヤ  
ノン株式会社内

(74) 代理人 弁理士 豊田 善雄 (外1名)

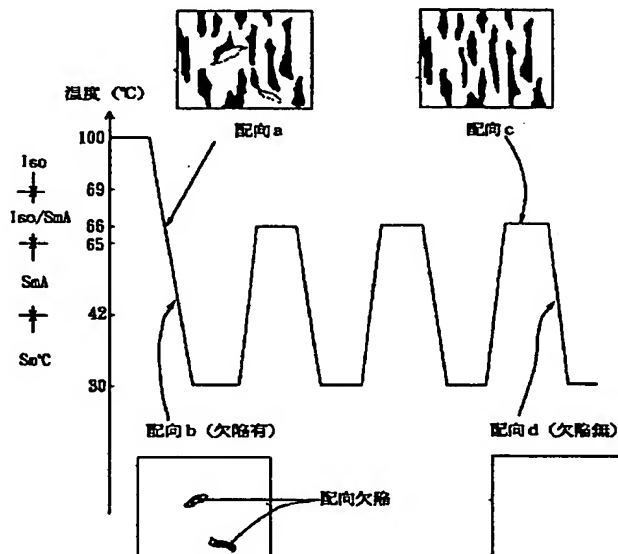
(54) 【発明の名称】 液晶の配向処理方法、液晶素子の製造方法、及び液晶素子

(57) 【要約】

【課題】 高コントラストであり、応答速度が早く、高精細、高輝度、大面積の液晶素子を得る。

【解決手段】 配向制御層を有する一対の電極基板間に挟持されたカイラルスメクチック液晶に対し、アイソトロピック相及びスメクチック相が混在する温度範囲と、スメクチック相を呈する温度範囲との間で、温度サイクル処理を施す。

【効果】 ブックシェルフ構造あるいはそれに近い層傾きの小さな構造の液晶層を安定してとり、且つ欠陥の無い優れた配向状態を得ることができる。



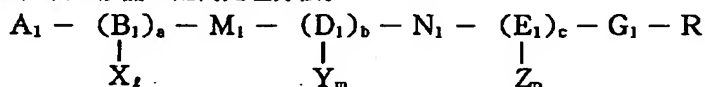
1

## 【特許請求の範囲】

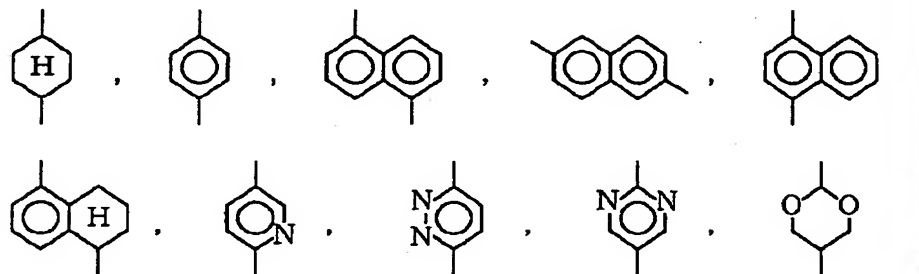
【請求項1】 少なくとも一方が配向制御層を有する一対の電極基板間に挟持された降温下でアイソトロピック相、スメクチック相の順で相転移をするカイラルスメクチック液晶の配向処理方法であって、該液晶に対し、アイソトロピック相及びスメクチック相が混在する温度範囲と、スメクチック相を呈する温度範囲との間で、温度サイクル処理を施すことを特徴とする液晶の配向処理方法。

【請求項2】 前記温度サイクルの上限温度が、アイソトロピック相からスメクチック相への相転移が始まる温度を $T_{PC}$ としたとき、 $(T_{PC}-3)^{\circ}\text{C}$ 以上であることを特徴とする請求項1に記載の液晶の配向処理方法。

【請求項3】 前記温度サイクルの上限温度が、アイソトロピック相からスメクチック相への相転移が始まる温度を $T_{PC}$ としたとき、 $(T_{PC}-1)^{\circ}\text{C}$ 以上であることを特徴とする請求項1に記載の液晶の配向処理方法。



(式中、 $B_1$ ,  $D_1$ ,  $E_1$ はそれぞれ独立に



を表し、

$a$ ,  $b$ ,  $c$ はそれぞれ独立に0または1から3の整数を表す。ただし $a+b+c$ は少なくとも2である。 $M_1$ ,  $N_1$ はそれぞれ独立に、 $-\text{COO}-$ ,  $-\text{COS}-$ ,  $-\text{COSe}-$ ,  $-\text{COTe}-$ ,  $-\text{CH}_2\text{CH}_2-$ ,  $-\text{CH}=\text{CH}-$ ,  $-\text{CH}=\text{N}-$ ,  $-\text{C}\equiv\text{C}-$ ,  $-\text{CH}_2-\text{O}-$ ,  $-\text{CO}-$ ,  $-\text{O}-$ , 単結合を表し、その向きはいずれでもよい。 $X$ ,  $Y$ ,  $Z$ は $B_1$ ,  $D_1$ ,  $E_1$ における置換基であり、それぞれ独立に $-\text{H}$ ,  $-\text{Cl}$ ,  $-\text{F}$ ,  $-\text{Br}$ ,  $-\text{I}$ ,  $-\text{OH}$ ,  $-\text{OCH}_3$ ,  $-\text{CN}$ ,  $-\text{NO}_2$ を表す。 $l$ ,  $m$ ,  $n$ はそれぞれ独立に0~4の整数を表す。 $G_1$ は $-\text{COO}-\text{C}_6\text{H}_2-$ ,  $-\text{O}-\text{C}_6\text{H}_2-$ ,  $-\text{C}_6\text{H}_2-$ ,  $-\text{OSOO}-$ ,  $-\text{OOSO}-$ ,  $-\text{SOO}-$ ,  $-\text{SOOC}$ ,  $-\text{C}_6\text{H}_2-$ ,  $-\text{OC}_6\text{H}_2-\text{OC}_6\text{H}_2-$ ,  $-\text{C}_6\text{H}_2-\text{N}$

2

\*【請求項4】 少なくとも一方の基板において、一軸配向処理のなされた配向制御層が設けられていることを特徴とする請求項1に記載の液晶の配向処理方法。

【請求項5】 一方の基板のみに一軸配向処理のなされた配向制御層が設けられていることを特徴とする請求項1に記載の液晶の配向処理方法。

【請求項6】 一軸配向処理がラビング処理であることを特徴とする請求項4に記載の液晶の配向処理方法。

【請求項7】 一軸配向処理がラビング処理であることを特徴とする請求項5に記載の液晶の配向処理方法。

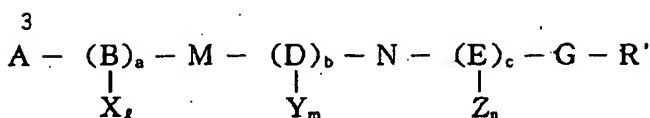
【請求項8】 カイラルスメクチック液晶が、下記一般式(1)で表される化合物の少なくとも一種及び/又は下記一般式(2)で表される化合物の少なくとも一種を含有することを特徴とする請求項1に記載の液晶の配向処理方法。一般式(1)

【化1】

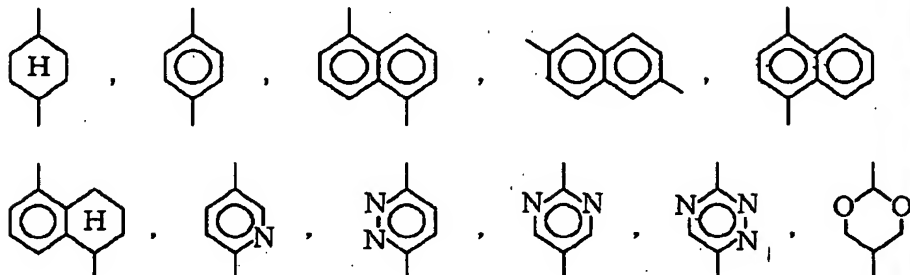
$(\text{C}_p\text{H}_{2p+1})-\text{SOO}-$ ,  $-\text{C}_6\text{H}_2-\text{N}(\text{C}_{p'\text{H}_{2p'+1}})-\text{CO}-$  ( $e$ ,  $e'$ はそれぞれ独立に1から20までの整数を表し、 $p$ は1から4までの整数を表す。)を表す。 $A_1$ は $-\text{O}-\text{C}_f\text{H}_{2f}-\text{O}-\text{C}_g\text{H}_{2g+1}$ ,  $-\text{C}_f\text{H}_{2f}-\text{O}-\text{C}_g\text{H}_{2g+1}$ ,  $-\text{C}_f\text{H}_{2f}-\text{R}'$ ,  $-\text{O}-\text{C}_f\text{H}_{2f}-\text{R}'$ ,  $-\text{COO}-\text{C}_f\text{H}_{2f}-\text{R}'$ ,  $-\text{OCO}-\text{C}_f\text{H}_{2f}-\text{R}'$  ( $\text{R}'$ は $-\text{Cl}$ ,  $-\text{F}$ ,  $-\text{CF}_3$ ,  $-\text{NO}_2$ ,  $-\text{CN}$ ,  $-\text{H}$ ,  $-\text{COO}-\text{C}_{f'}\text{H}_{2f'+1}$ ,  $-\text{OCO}-\text{C}_{f'}\text{H}_{2f'+1}$ を表し、 $f$ ,  $f'$ ,  $g$ はそれぞれ独立に1から20の整数を表す。)を表し、 $A_1$ は直鎖でも分岐鎖でも良い。 $R$ は $-\text{C}_w\text{F}_{2w+1}$ であり、 $w$ は1から20までの整数を表す。)

一般式(2)

【化2】



(式中、B, D, Eはそれぞれ独立に



を表し、

a, b, cはそれぞれ独立に0または1から3の整数を表す。ただし  $a + b + c$  は少なくとも2である。M, Nはそれぞれ独立に、 $-\text{COO}-$ ,  $-\text{COS}-$ ,  $-\text{COS e}-$ ,  $-\text{COTe}-$ ,  $-(\text{CH}_2\text{CH}_2)_d-$  (dは1から4の整数を表す)、 $-\text{C}\equiv\text{C}-$ ,  $-\text{CH}=\text{CH}-$ ,  $-\text{CH}=\text{N}-$ ,  $-\text{CH}_2-\text{O}-$ ,  $-\text{CO}-$ ,  $-\text{O}-$ , 単結合を表し、その向きはいずれでもよい。それぞれのX, Y, Zは独立に $-\text{H}$ ,  $-\text{Cl}$ ,  $-\text{F}$ ,  $-\text{Br}$ ,  $-\text{I}$ ,  $-\text{OH}$ ,  $-\text{OCH}_3$ ,  $-\text{CH}_3$ ,  $-\text{CF}_3$ ,  $-\text{OCF}_3$ ,  $-\text{CN}$ ,  $-\text{NO}_2$ を表す。それぞれのl, m, nは独立に0~4の整数を表す。Gは $-\text{C}_6\text{H}_4-\text{C}_6\text{H}_2\text{e}-$ ,  $-\text{O}-\text{C}_6\text{H}_2\text{e}-$ ,  $-\text{O}(\text{C}_6\text{H}_2\text{e}-\text{O})_t-\text{C}_6\text{H}_2\text{e}-$ ,  $-\text{C}_6\text{H}_2\text{e}-$ ,  $-\text{OSO}_2-$ ,  $-\text{SOO}-$ ,  $-\text{SOOC}_6\text{H}_2\text{e}-$ ,  $-\text{C}_6\text{H}_2\text{e}-\text{N}(\text{C}_6\text{H}_{2p+1})-\text{SOO}-$ ,  $-\text{C}_6\text{H}_2\text{e}-\text{N}(\text{C}_6\text{H}_{2p+1})-\text{CO}-$  (e, e' はそれぞれ独立に1から20までの整数を表し、pは0から4までの整数を表す。e'' はそれぞれの  $(\text{C}_6\text{H}_2\text{e}-\text{O})$  に独立に1から10の整数を表わし、tは1から6の整数を表わす。)を表す。Aは $-\text{O}-$  ( $\text{C}_f\text{H}_{2f}-\text{O}$ ) $_u-\text{C}_h\text{H}_{2h+1}-$  ( $\text{C}_f\text{H}_{2f}-\text{O}$ ) $_u-\text{C}_h\text{H}_{2h+1}-$ ,  $-\text{C}_f\text{H}_{2f}-\text{W}$ ,  $-\text{O}-\text{C}_f\text{H}_{2f}-\text{W}$ ,  $-\text{COO}-\text{C}_f\text{H}_{2f}-\text{W}$ ,  $-\text{OCO}-\text{C}_f\text{H}_{2f}-\text{W}$  (Wは $-\text{Cl}$ ,  $-\text{F}$ ,  $-\text{CF}_3$ ,  $-\text{NO}_2$ ,  $-\text{CN}$ ,  $-\text{H}$ ,  $-\text{COO}-\text{C}_h\text{H}_{2h+1}$ ,  $-\text{OCO}-\text{C}_h\text{H}_{2h+1}$ を表し、f, hはそれぞれ独立に1から20の整数を表す。uは1から10の整数である。)を表し、Aは直鎖でも分岐鎖でも良い。R'は $-(\text{C}_{x'}\text{F}_{2x'}\text{O})_{z'}\text{C}_{y'}\text{F}_{2y'+1}$ であり、 $x'$ はそれぞれの  $(\text{C}_{x'}\text{F}_{2x'}\text{O})$  に独立に1から10までの整数であり、 $y'$ は1から10までの整数であり、 $z'$ は1から10までの整数である。)

【請求項9】 少なくとも一方が配向制御層を有する一対の電極基板を対向させてなるセル構造体に、カイラルスメクチック液晶を加熱封入する工程と、前記液晶に対

し、アイソトロピック相及びスメクチック相が混在する温度範囲と、スメクチック相を呈する温度範囲との間で温度サイクル処理を施す工程と、を具備することを特徴とする液晶素子の製造方法。

20 【請求項10】 カイラルスメクチック液晶をアイソトロピック相となる温度において加熱封入することを特徴とする請求項9記載の液晶素子の製造方法。

【請求項11】 前記温度サイクルの上限温度が、アイソトロピック相からスメクチック相への相転移が始まる温度を $T_{PC}$ としたとき、 $(T_{PC}-3)^\circ\text{C}$ 以上であることを特徴とする請求項9に記載の液晶素子の製造方法。

【請求項12】 前記温度サイクルの上限温度が、アイソトロピック相からスメクチック相への相転移が始まる温度を $T_{PC}$ としたとき、 $(T_{PC}-1)^\circ\text{C}$ 以上であることを特徴とする請求項9に記載の液晶素子の製造方法。

30 【請求項13】 少なくとも一方の基板において、一軸配向処理のなされた配向制御層が設けられていることを特徴とする請求項9に記載の液晶素子の製造方法。

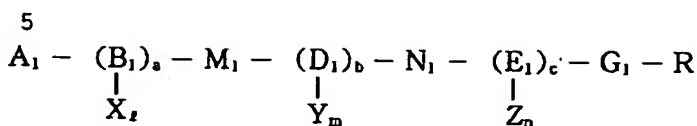
【請求項14】 一方の基板のみに一軸配向処理のなされた配向制御層が設けられていることを特徴とする請求項9に記載の液晶素子の製造方法。

【請求項15】 一軸配向処理がラビング処理であることを特徴とする請求項13に記載の液晶素子の製造方法。

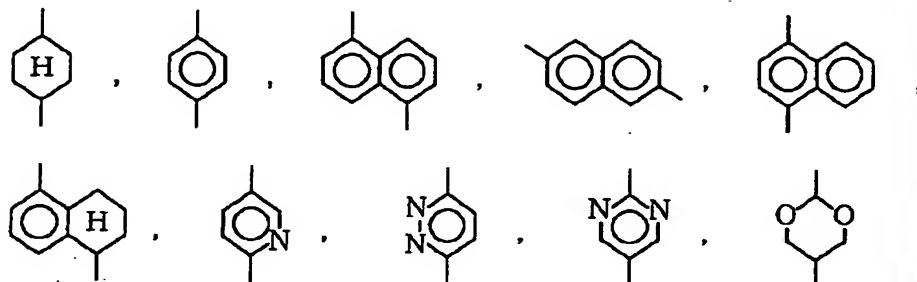
40 【請求項16】 一軸配向処理がラビング処理であることを特徴とする請求項14に記載の液晶素子の製造方法。

【請求項17】 カイラルスメクチック液晶が、下記一般式(1)で表される化合物の少なくとも一種及び/又は下記一般式(2)で表される化合物の少なくとも一種を含有することを特徴とする請求項9記載の液晶素子の製造方法。一般式(1)

【化3】



(式中、 $B_1$ ,  $D_1$ ,  $E_1$ はそれぞれ独立に



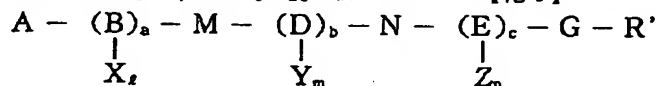
を表し、

$a$ ,  $b$ ,  $c$ はそれぞれ独立に0または1から3の整数を表す。ただし $a+b+c$ は少なくとも2である。 $M_1$ ,  $N_1$ はそれぞれ独立に、 $-\text{COO}-$ ,  $-\text{COS}-$ ,  $-\text{COSe}-$ ,  $-\text{COTe}-$ ,  $-\text{CH}_2\text{CH}_2-$ ,  $-\text{CH}=\text{CH}-$ ,  $-\text{CH}=\text{N}-$ ,  $-\text{CH}_2-\text{O}-$ ,  $-\text{CO}-$ ,  $-\text{O}-$ ,  $-\text{C}\equiv\text{C}-$ , 単結合を表し、その向きはいずれでもよい。 $X$ ,  $Y$ ,  $Z$ は $B_1$ ,  $D_1$ ,  $E_1$ における置換基であり、それぞれ独立に $-\text{H}$ ,  $-\text{Cl}$ ,  $-\text{F}$ ,  $-\text{Br}$ ,  $-\text{I}$ ,  $-\text{OH}$ ,  $-\text{OCH}_3$ ,  $-\text{CN}$ ,  $-\text{NO}_2$ を表す。 $l$ ,  $m$ ,  $n$ はそれぞれ独立に0~4の整数を表す。 $G_1$ は $-\text{COO}-\text{C}_6\text{H}_2\text{e}-$ ,  $-\text{O}-\text{C}_6\text{H}_2\text{e}-$ ,  $-\text{C}_6\text{H}_2\text{e}-$ ,  $-\text{OSOO}-$ ,  $-\text{OOSO}-$ ,  $-\text{SOO}-$ ,  $-\text{SOOC}$   
 $\text{C}_6\text{H}_2\text{e}-$ ,  $-\text{OC}_6\text{H}_2\text{e}-\text{OC}_6\text{H}_2\text{e}'-$ ,  $-\text{C}_6\text{H}_2\text{e}-\text{N}$  \*

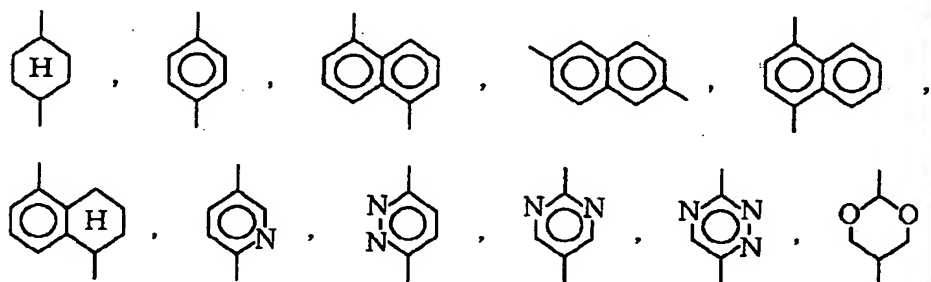
$(\text{C}_p\text{H}_{2p+1})-\text{SOO}-$ ,  $-\text{C}_6\text{H}_2\text{e}-\text{N}$  ( $\text{C}_p\text{H}_{2p+1}-\text{CO}-$  ( $e$ ,  $e'$ はそれぞれ独立に1から20までの整数を表し、 $p$ は1から4までの整数を表す。))を表す。 $A_1$ は $-\text{O}-\text{C}_f\text{H}_{2f}-\text{O}-\text{C}_g\text{H}_{2g+1}$ ,  $-\text{C}_f\text{H}_{2f}-\text{O}-\text{C}_g\text{H}_{2g+1}$ ,  $-\text{C}_f\text{H}_{2f}-\text{R}'$ ,  $-\text{O}-\text{C}_f\text{H}_{2f}-\text{R}'$ ,  $-\text{COO}-\text{C}_f\text{H}_{2f}-\text{R}'$ ,  $-\text{OCO}-\text{C}_f\text{H}_{2f}-\text{R}'$  ( $\text{R}'$ は $-\text{Cl}$ ,  $-\text{F}$ ,  $-\text{CF}_3$ ,  $-\text{NO}_2$ ,  $-\text{CN}$ ,  $-\text{H}$ ,  $-\text{COO}-\text{C}_{f'}\text{H}_{2f'+1}$ ,  $-\text{OCO}-\text{C}_{f'}\text{H}_{2f'+1}$ を表し、 $f$ ,  $f'$ ,  $g$ はそれぞれ独立に1から20の整数を表す。))を表し、 $A_1$ は直鎖でも分岐鎖でも良い。 $R$ は $-\text{C}_w\text{F}_{2w+1}$ であり、 $w$ は1から20までの整数を表す。)

一般式(2)

【化4】



(式中、 $B$ ,  $D$ ,  $E$ はそれぞれ独立に



を表し、

$a$ ,  $b$ ,  $c$ はそれぞれ独立に0または1から3の整数を表す。ただし $a+b+c$ は少なくとも2である。 $M$ ,  $N$ はそれぞれ独立に、 $-\text{COO}-$ ,  $-\text{COS}-$ ,  $-\text{COSe}-$ ,  $-\text{COTe}-$ ,  $-(\text{CH}_2\text{CH}_2)_d-$  ( $d$ は1から4の整数を表す),  $-\text{C}\equiv\text{C}-$ ,  $-\text{CH}=\text{CH}-$ ,  $-\text{CH}=\text{N}-$ ,  $-\text{CH}_2-\text{O}-$ ,  $-\text{CO}-$ ,  $-\text{O}-$ , 単結合を表し、その向きはいずれでもよい。それぞれの $X$ ,  $Y$ ,  $Z$ は独立に $-\text{H}$ ,  $-\text{Cl}$ ,  $-\text{F}$ ,  $-\text{Br}$ ,  $-\text{I}$ ,  $-\text{OH}$ ,  $-\text{OCH}_3$ ,  $-\text{CH}_3$ ,  $-\text{CF}_3$ ,  $-\text{OCF}_3$ ,  $-\text{CN}$ ,  $-\text{NO}_2$ を表す。それぞれの $l$ ,  $m$ ,  $n$ は独立に0~4の整数を表す。 $G$ は $-\text{COO}-\text{C}_6\text{H}_2\text{e}-$ ,  $-\text{O}-\text{C}_6\text{H}_2\text{e}-$ ,  $-\text{O}(\text{C}_6\text{H}_2\text{e}-\text{O})_t-\text{C}_6\text{H}_2\text{e}'-$ ,  $-\text{C}_6\text{H}_2\text{e}-$ ,  $-\text{OSOO}-$ ,  $-\text{SOO}-$ ,  $-\text{SOOC}_6\text{H}_2\text{e}-$ ,  $-\text{C}_6\text{H}_2\text{e}-\text{N}$  ( $\text{C}_p\text{H}_{2p+1})-\text{SOO}-$ ,  $-\text{C}_6\text{H}_2\text{e}-\text{N}$  ( $\text{C}_p\text{H}_{2p+1})-\text{CO}-$  ( $e$ ,  $e'$ はそれぞれ独

$Y$ ,  $Z$ は独立に $-\text{H}$ ,  $-\text{Cl}$ ,  $-\text{F}$ ,  $-\text{Br}$ ,  $-\text{I}$ ,  $-\text{OH}$ ,  $-\text{OCH}_3$ ,  $-\text{CH}_3$ ,  $-\text{CF}_3$ ,  $-\text{OCF}_3$ ,  $-\text{CN}$ ,  $-\text{NO}_2$ を表す。それぞれの $l$ ,  $m$ ,  $n$ は独立に0~4の整数を表す。 $G$ は $-\text{COO}-\text{C}_6\text{H}_2\text{e}-$ ,  $-\text{O}-\text{C}_6\text{H}_2\text{e}-$ ,  $-\text{O}(\text{C}_6\text{H}_2\text{e}-\text{O})_t-\text{C}_6\text{H}_2\text{e}'-$ ,  $-\text{C}_6\text{H}_2\text{e}-$ ,  $-\text{OSOO}-$ ,  $-\text{SOO}-$ ,  $-\text{SOOC}_6\text{H}_2\text{e}-$ ,  $-\text{C}_6\text{H}_2\text{e}-\text{N}$  ( $\text{C}_p\text{H}_{2p+1})-\text{SOO}-$ ,  $-\text{C}_6\text{H}_2\text{e}-\text{N}$  ( $\text{C}_p\text{H}_{2p+1})-\text{CO}-$  ( $e$ ,  $e'$ はそれぞれ独



7

立に1から20までの整数を表し、pは0から4までの整数を表す。e"はそれぞれの $(C_e \cdot H_{2e} \cdot O)$ に独立に1から10の整数を表わし、tは1から6の整数を表わす。)を表す。Aは $-O-(C_f H_{2f} - O)_u - C_h H_{2h+1} - (C_f H_{2f} - O)_u - C_h H_{2h+1} - C_f H_{2f} - W, -O-C_f H_{2f} - W, -COO-C_f H_{2f} - W, -OCO-C_f H_{2f} - W$ (Wは $-Cl, -F, -CF_3, -NO_2, -CN, -H, -COO-C_h H_{2h+1}, -OCO-C_h H_{2h+1}$ )を表し、f, hはそれぞれ独立に1から20の整数を表す。uは1から10の整数である。)を表し、Aは直鎖でも分岐鎖でも良い。R'は $-(C_{x'} F_{2x'} O)_{z'} C_{y'} F_{2y'+1}$ であり、x'はそれぞれの $(C_{x'} F_{2x'} O)$ に独立に1から10までの整数であり、y'は1から10までの整数であり、z'は1から10までの整数である。)

【請求項18】 少なくとも一方が配向制御層を有する一対の電極基板間にカイラルスメクチック液晶を挟持してなる液晶素子であって、該液晶に対し、アイソトロピック相及びスメクチック相が混在する温度範囲と、スメクチック相を呈する温度範囲との間で温度サイクルを施したことを特徴とする液晶素子。

【請求項19】 少なくとも一方の基板において、一軸配向処理のなされた配向制御層が設けられていることを特徴とする請求項18に記載の液晶素子。

【請求項20】 一方の基板のみに一軸配向処理のなされた配向制御層が設けられていることを特徴とする請求項18に記載の液晶素子。

【請求項21】 一軸配向処理がラビング処理であることを特徴とする請求項19に記載の液晶素子。

【請求項22】 一軸配向処理がラビング処理であることを特徴とする請求項20に記載の液晶素子。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、コンピュータの端末ディスプレイ、各種フラットパネルディスプレイ、ワードプロセッサ、タイプライター、テレビ受像機、ビデオカメラのビューファインダー、プロジェクターの光バルブ、液晶プリンターの光バルブ等に用いられる液晶素子における配向技術、並びに当該液晶素子に関する。

【0002】

【従来の技術】従来より、最も広範に用いられてきているディスプレイとしてCRTが知られており、テレビやVTRなどの動画出力、あるいはパソコンのモニターとして広く用いられている。しかしながら、CRTはその特性上、静止画像に対しては、フリッカや解像度不足による走査縞等が視認性を低下させたり、焼きつきによる蛍光体の劣化が起こったりする。また、最近ではCRTが発生する電磁波が人体に悪影響を与えることが分かり、VDT作業者の健康を害する恐れがある。そして、構造上、画面後方に広く体積を有するため、オフィス、

8

家庭の省スペース化を阻害している。

【0003】このようなCRTの欠点を解決するものとして液晶表示素子がある。例えばエム・シャット(M. Schadt)とダブリュー・ヘルフリッヒ(W. Helfrich)著“アプライド・フィジックス・レターズ”(“Applied Physics Letters”)第18巻、第4号(1971年2月15日発行)第127頁~128頁において示されたツイステッド・ネマチック(twisted nematic: TN)液晶を用いたものが知られている。

【0004】このTN液晶を用いた液晶素子の1つとして、コスト面で優位性を持つ単純マトリクスタイプの液晶素子がある。この液晶素子は画像密度を高くしたマトリクス電極構造を用いた時分割駆動の時、クロストークを発生する問題点があるため、画素数が制限されていた。

【0005】近年このような単純マトリクスタイプの液晶素子に対して、TFTといわれる液晶素子の開発が行われている。このタイプは1つ1つの画素にトランジスタを作成し、各画素での動作を制御するため、クロストークや応答速度の問題は解決される反面、大面積になればなるほど、不良画素のない液晶素子を作成することが工業的に非常に困難であり、また可能であっても多大なコストが発生する。

【0006】このような従来型の液晶素子の欠点を改善するものとして、強誘電性液晶分子の屈折率異方性を利用して、偏光素子との組み合わせにより、透過光線を制御する型の表示素子がクラーク(Clark)およびラガウェル(Lagerwall)により提案されている(特開昭56-107216号公報、米国特許第4367924号明細書)。この強誘電性液晶は、一般に特定の温度域において、カイラルスメクチックC相またはカイラルスメクチックH相を有し、この状態において、加えられる電界にตอบสนองして第1の光学的安定状態と第2の光学的安定状態のいずれかを取り、且つ電界の印加のないときは、その状態を維持する性質、即ち双安定性を有し、自発分極により反転スイッチングを行うため、非常に早い応答速度を示す上、メモリー性のある双安定状態を発現させることができる。更に視野角特性も優れていることから、特に、高速、高精細、大面積の表示素子あるいはライトバルブとして適していると考えられる。また、最近では、チャンダニ、竹添らにより、3つの安定状態を有するカイラルスメクチック反強誘電液晶素子も提案されている(ジャパニーズ ジャーナル オブ アプライド フィジックス(Japanese Journal of Applied Physics)27巻、1988年、729頁)。

【0007】このようなカイラルスメクチック液晶素子においては、例えば「強誘電液晶の構造と物性」(コロナ社、福田敦夫、竹添秀男著、1990年)に記載され

9

ているように、ジグザグ状の配向欠陥の発生や、上下基板間での液晶分子のねじれ（スプレイ配向という）により、コントラストを低下させる場合があるという問題があった。この欠陥は、素子構成において、上下基板間に挟持されたカイラルスメクチック液晶の層状構造が2種類のシェブロン状（山形状）の構造を形成していることに因ると考えられる。

【0008】この問題を解決する1つの方法として、ブレチルト角を最適に持たせることにより、シェブロン層構造を一方向に揃え、液晶分子の上下基板間のねじれ状態を一様状態（ユニホーム配向という）にして弾性エネルギー的に不安定にする方法がある。

【0009】また他の方法としては、液晶層構造を「く」の字に折れたシェブロン構造から、各層の傾きが小さく大略平行に配列した本棚状の構造であるブックシェルフといわれる層状構造に実質的に近い構造（以下、該構造をブックシェルフと記す）を形成し、ジグザグ欠陥を解消すると同時にユニホーム配向を実現し、高コントラストを実現する方法がある（例えば「次世代液晶ディスプレイと液晶材料」（株）シーエムシー、福田敦夫編、1992年）。ブックシェルフ層に近い構造を実現するには、1つには、材料処方調整し、ナフタレン系液晶材料を用いる方法があるが、この場合、チルト角が10°程度であり、理論的最大透過率が得られる22.5°と比べて非常に小さく、低透過率という問題がある。他の代表的な例としては、シェブロン構造を取っている液晶素子に外部から電場を加えてブックシェルフ構造を誘起する方法があるが、この方法は、温度などの外部刺激に対しての不安定性が問題となっている。

【0010】ブックシェルフに近い層構造を呈する液晶として、パーフルオロエーテル側鎖をもつ液晶性化合物（米国特許第5,262,082号明細書）、液晶組成物（1993年第4回強誘電液晶国際会議P-46、Marc D. Radcliffeら）等が提案されている。これらの液晶材料によれば、電場等の外部場を用いずともブックシェルフあるいはそれに近い層傾き角の小さい構造を最適なチルト角で現出することが可能である。しかしながら、上記パーフルオロエーテル側鎖をもつ液晶性化合物は、一般的にはコレステリック相を有さず、通常の強誘電性液晶に適用されるセルに用いた場合最終的に十分に良好な配向状態を得ることが困難であった。

【0011】

【発明が解決しようとする課題】本発明は、上記事情に鑑みてなされたものであり、その課題とするところは、コレステリック相をとらない液晶を用いた液晶素子において良好な配向状態を得ることである。特にブックシェルフ構造に実質的に近い層傾きの小さな構造の液晶層を安定してとり、且つ特に優れた配向状態をとり、高コントラストであり、応答速度が早く、高精細、高輝度の液

10

晶素子を実現することである。

【0012】

【課題を解決するための手段】即ち、本発明は、少なくとも一方が配向制御層を有する一対の電極基板間に挟持された降温下でアイソトロピック相、スメクチック相の順で相転移をするカイラルスメクチック液晶の配向処理方法であって、該液晶に対し、アイソトロピック相及びスメクチック相が混在する温度範囲と、スメクチック相を呈する温度範囲との間で、温度サイクル処理を施すことを特徴とする液晶の配向処理方法にある。

【0013】更に、本発明によれば、少なくとも一方が配向制御層を有する一対の電極基板を対向させてなるセル構造体にカイラルスメクチック液晶を加熱封入した後スメクチック相まで冷却する工程と、前記液晶に対し、アイソトロピック相及びスメクチック相が混在する温度範囲と、スメクチック相を呈する温度範囲との間で温度サイクル処理を施す工程とを具備する液晶素子の製造方法が提供される。

【0014】更に本発明によれば、少なくとも一方が配向制御層を有する一対の電極基板間にカイラルスメクチック液晶を挟持してなる液晶素子であって、該液晶に対し、アイソトロピック相及びスメクチック相が混在する温度範囲と、スメクチック相を呈する温度範囲との間で、温度サイクル処理を施したことを特徴とする液晶素子が提供される。

【0015】尚、本発明における「温度サイクル処理」とは、アイソトロピック相／スメクチック相の混在温度範囲領域までの加熱工程（具体的には例えばSmC\*相からI相／SmA相の混在温度領域までの加熱）と、当該混在温度領域からスメクチック相までの冷却工程（具体的には例えばI相／SmA相の混在温度領域からSmC\*までの冷却）とを含む処理である。

【0016】

【発明の実施の形態】本発明の方法は、少なくとも一方が配向制御層を有する一対の電極基板間にカイラルスメクチック液晶を挟持した構造の素子において、該カイラルスメクチック液晶に対して、スメクチック相、スメクチックA相において生じる配向欠陥を低減するために好ましく、特に降温過程でコレステリック相をとらない液晶における配向処理方法として最も好ましい。以下、この点について詳述する。

【0017】カイラルスメクチック液晶素子として双安定性が発現するのは、SmC\*相（カイラルスメクチックC相）で、その配向状態は液体相（アイソトロピック相）からの徐冷によって形成される。従って、アイソトロピック相とカイラルスメクチック相間にある相系列が配向形成に大きな影響を与える。熱力学的な安定性から相系列としては、

1) Iso-Ch-SmA-SmC\*

2) Iso-----SmA-SmC\*

3) Iso-Ch-----SmC\*

4) Iso-----SmC\*

の4通りが考えられる。ここで、Iso;液体相、Ch;コレステリック相、SmA;スメクチックA相である。

【0018】図2は、上記各相をモデル化したものである。1)の相系列を有する液晶組成物は、Iso-Ch転移において液晶分子の長軸方向秩序が例えば液晶素子内に施された一軸配向処理の規制に沿って形成され、Ch-SmA転移において液晶分子の位置の秩序(層構造)が例えば液晶素子内に施された一軸配向処理の規制に沿って形成され、SmA-SmC\*転移によって液晶分子のチルトが発現するという段階を経た配向形成のため、均一配向が得やすい。しかしながら、2)、3)、4)の相系列を有する液晶組成物の場合、液晶分子の長軸方向秩序と層形成が同時な2)、層形成と液晶分子のチルトが同時な3)、液晶分子の長軸方向秩序と層形成、さらにチルトが同時な4)のように、複数の秩序化が同時のため均一配向が得にくいという問題がある。本発明は、特に好ましくは上記2)の相系列を有する液晶組成物の均一配向を実現するものである。

【0019】本発明者は、前記2)の相系列を有する一軸配向処理を施した基板を用いた液晶素子における液晶のIso-SmA相転移過程を観察した結果、図3のようにIso状態からスメクチックA相への転移では、ほぼ楕円形のSmA相の島(以後、「バトネ」と呼ぶ)が発生し、それが成長して接合することによって相転移が完了することが分かった。また、その時に発現する配向欠陥は、そのバトネの成長方向が揃わずにランダムであることに起因することも分かった。この理由は明らかではないが、例えば液晶素子において一軸配向処理としてラビングを施したポリイミド配向膜の延伸程度が場所的にむらが有り、延伸程度の弱い部分では液晶分子を一軸処理方向(ラビング方向)に揃える規制力が弱くなるため、または配向膜の下地層の凹凸等により当該配向膜の一軸配向規制力が部分的に弱くなるため等が考えられる。

【0020】一般には、カイラルスメクチック液晶サンプルをアイソトロピック相からカイラルスメクチック相まで単純冷却することによって液晶分子配向を形成していたが、アイソトロピック相-スメクチック相系列を有する液晶の場合、例えば上記した理由により図4に示すようなスメクチック液晶層方向が揃わない液晶分子配向欠陥が形成され、当該欠陥部分からの透過光漏れによって表示コントラスト等の表示素子特性が著しく低下する。

【0021】そこで本発明者は、このバトネ発生・成長の方向を揃える手段を鋭意検討した結果、図4のアイソトロピック相とスメクチック相の混在温度範囲と、スメクチック相を呈する温度範囲との間で、温度を上下させ

る温度サイクル処理をすることによって均一な液晶分子配向が得られることを確認し、本発明に至ったものである。

【0022】尚、上述した図3、図4に示す状態は、少なくとも一方に一軸配向処理の施された液晶セルをクロスニコル内に配置し、偏光軸を一軸配向処理方向とあわせることでI相における暗状態がスメクチックA相における明状態として観察され得る。図3、図4における観察面の寸法は100 $\mu$ m $\square$ 程度である。

【0023】本発明において、上述したような降温過程でコレステリック相をとらない液晶としては、例えば液晶層の構造がブックシェルフ構造あるいはそれに近い層傾き角の小さな構造の液晶層となり得る材料を用いることができ、本発明の方法はかかる液晶層構造における配向状態を良好にするためにより好ましい。

【0024】本発明に係る上記温度サイクルとその過程における液晶分子配向状態の一例を図1に示す。

【0025】図1に示されるように、例えば液晶を一对の電極基板を対向せしめたセル構造体に加熱・封入した素子ではアイソトロピック相に昇温されている液晶を冷却してスメクチックC相を得る際に、徐冷過程で液晶分子の向きの揃わないスメクチック相のバトネが発生し

(配向a)、そのまま徐冷することによってカイラルスメクチックC相においてもそれが配向欠陥として残ってしまう(配向b)。この配向欠陥を除去するために、上限温度がアイソトロピック相とスメクチック相の混在する温度範囲にあり、下限温度がスメクチック相を呈する温度範囲にある図1に示すような温度サイクル処理を施すことによって、配向c、配向dのような均一な液晶分子配向が得られる。ここで図1における温度サイクル処理の1サイクルは、SmC\*相 $\rightarrow$ (昇温) $\rightarrow$ I相/SmA相 $\rightarrow$ (降温) $\rightarrow$ SmC\*相である。尚、かかる温度サイクル処理は1サイクル以上である。

【0026】本発明の最大の特徴である上記温度サイクル処理によって均一な液晶分子配向が得られる理由を、観察結果に基づいて本発明者は以下のように考えている。

【0027】単純冷却で形成された配向欠陥は、一軸配向処理方向、特にラビング方向からずれたスメクチック層構造を有し、しかも周りの配向状態とはミスマッチした状態であり、エネルギー的に不安定な状態であると考えられる。そのため、アイソトロピック相とスメクチック相が混在する温度範囲では、欠陥部分はアイソトロピック相に転移するか、または周りの良好な配向状態に揃う。この状態から再び冷却することによって、欠陥部分は、周囲と同様の状態に配向してゆき、配向欠陥の除去された均一配向が形成されるようになる。即ち、一度スメクチック相で生じた配向欠陥のみを、アイソトロピック相とスメクチック相の混在する温度範囲で選択的にアイソトロピックの状態にし、続いて周囲の良好なスメク

13

チック相に配向させるべく前述した温度サイクルを繰り返して行い、スメクチック相における均一配向を達成する。特に、アイソトロピック相の状態では粘性が低く、周囲の良好な配向状態を示すSmA相の状態に迅速に欠陥なく配向制御がなされる。このような観点では、アイソトロピック相とスメクチック相が混在する温度範囲のどの温度まで昇温するのが最適であるかが問題となるが、本発明者の実験ではその温度はアイソトロピック相とスメクチック相が混在する温度であれば効果が有る。好ましくは、アイソトロピック相からスメクチック相への相転移が始まる温度を $T_{PC}$ としたとき、 $(T_{PC}-3)^{\circ}\text{C}$ 以上の温度であり、より好ましくは、 $(T_{PC}-1)^{\circ}\text{C}$ 以上の温度でより効果が顕著であった。また、上記温度サイクルの設定上限温度によらず、温度サイクルの回数は多い方が良い傾向にあり、また、アイソトロピック相とスメクチック相の混在温度に放置する時間は長い方が好ましい。尚、温度を上下させるレート $(^{\circ}\text{C}/\text{min})$ や、設定下限温度についても使用する液晶材料や、セル構成における配向制御層に用いる膜の特性に応じて配向改善を調整するために適宜設定され得る。更に液晶セル全体を均一にアイソトロピック相とスメクチック相の混在する温度領域に制御すべくヒーターや加熱チャンバーを最適に設計する。

【0028】以下、本発明の方法を適用する液晶素子の構成例を図5に沿って詳細に説明する。

【0029】図5に本発明の液晶素子の一例を挙げる。55が好ましくはカイラルスメクチック液晶組成物からなる液晶層であり、好ましくは、前述したクラーク及びラガウェルのモデルによる双安定性を実現させるため、層厚(基板間距離)は $5\mu\text{m}$ 以下が好ましい。

【0030】51a、51bは基板であり、ガラス、プラスチック等透明性の高い材料が用いられる。52a、52bは液晶層55に電圧を印加するためのITO等の透明電極である。53a、53bは液晶の配向状態を制御する配向制御層であり、少なくとも一方の基板側の配向制御層には一軸配向処理がなされる。一軸性配向制御層の形成方法としては例えば基板上に溶液塗工または蒸着或いはスパッタリング等により、一酸化珪素、二酸化珪素、酸化アルミニウム、ジルコニア、フッ化マグネシウム、酸化セリウム、フッ化セリウム、シリコン窒化物、シリコン炭化物、ホウ素窒化物などの無機物やポリビニルアルコール、ポリイミド、ポリイミドアミド、ポリエステル、ポリアミド、ポリエステルイミド、ポリバラキシレン、ポリカーボネート、ポリビニルアセタール、ポリビニルクロライド、ポリスチレン、ポリシロキサン、セルロース樹脂、メラミン樹脂、ウレア樹脂、アクリル樹脂、ナフタレン骨格を有するポリマーなどの有機物を用いて被膜形成した後、表面をピロード、布或いは紙等の繊維状のもので摺擦(ラビング)することにより得られる。また、 $\text{SiO}_2$ 等の酸化物或いは窒化物など

14

を基板の斜方から蒸着する、斜方蒸着法なども用いられ得る。液晶層において、降温下でコレステリック相をとらず、アイソトロピック相→スメクチック相(SmA相/SmC\*相)の相転移系列を有する液晶を用いる場合、好ましくは一方の基板側にのみ一軸配向処理、例えばラビング処理の施された配向制御層を設けることが好ましい。

【0031】また、例えば、透明電極と配向制御層間に一對の基板のショート防止層としての $\text{ZnO}$ 、 $\text{ZrO}$ 、 $\text{TaO}_x$ 等の絶縁層や他の有機物層、無機物層が形成されていても良い。54がギャップ制御スペーサーであり、例えばシリカビーズ等が用いられる。56a、56bは偏光板で、一方の基板裏面側に必要に応じて光源を設ける。かかる液晶素子は、信号電源(不図示)からのスイッチング信号に応じてスイッチングが行なわれ、表示素子のライトバルブとして機能する。また、52a、52bの透明電極を上下クロスにマトリクスとすれば、パターン表示、パターン露光が可能となり、例えばパーソナルコンピューター、ワークステーション等のディスプレイ、プリンター用等のライトバルブとして用いられる。

【0032】更に、一方の基板側に所定のパターンでR、G、B、W(白)の複数の色フィルター膜を配置することで、カラーディスプレイに適用することができる。

【0033】また、本発明では、用いる液晶材料として前述したようにコレステリック相を示さない系列2)の材料を用いる。この場合、降温下において液晶材料の等方相→スメクチック相転移において、一方の基板側からバトネが徐々に発生しはじめ、他方の基板側に成長していくという状態を現出し、スメクチックC相でのより良好な均一配向状態を得るべく、好ましくは一方の基板側にのみ一軸配向処理がなされた配向制御層を有し、他方の基板側では一軸配向処理は施されていないといった素子構成を適用する。

【0034】本発明の液晶素子において、一對の基板間に配置される液晶部分(図5に示す構造では液晶層55)として、特にカイラルスメクチック液晶、特に強誘電性を示す液晶として好適に用いられるものは、前述した2)の相転移系列を有するものであり、好ましくはフルオロカーボン末端鎖及び炭化水素鎖からなり、該両末端が中心核によって結合され、スメクチック中間相又は潜在的スメクチック中間相を有するフッ素含有液晶性化合物を少なくとも一種含有するカイラルスメクチック液晶組成物を用いる。

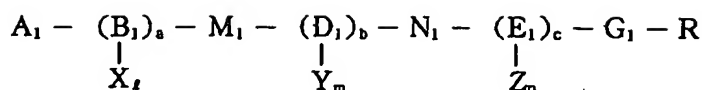
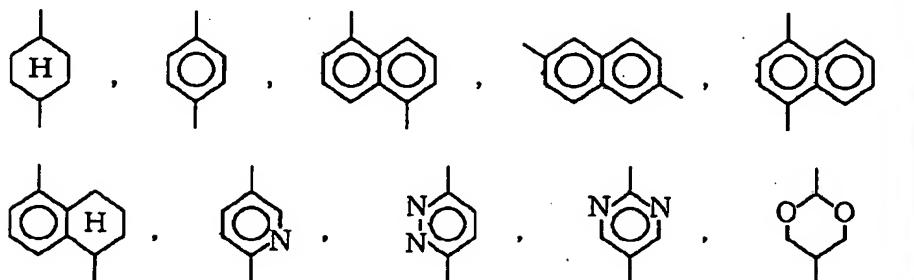
【0035】かかるフッ素含有液晶性化合物として、特に好ましくは、下記一般式(1)又は(2)で表わされる化合物が挙げられる。

【0036】一般式(1)

【0037】

15

【化5】

(式中、 $B_1$ ,  $D_1$ ,  $E_1$ はそれぞれ独立に

を表し、 $a$ ,  $b$ ,  $c$ はそれぞれ独立に0または1から3の整数を表す。ただし $a+b+c$ は少なくとも2である。

【0038】 $M_1$ ,  $N_1$ はそれぞれ独立に、 $-\text{COO}-$ ,  $-\text{COS}-$ ,  $-\text{COSe}-$ ,  $-\text{COTe}-$ ,  $-\text{CH}_2\text{C}$   
 $\text{H}_2-$ ,  $-\text{CH}=\text{CH}-$ ,  $-\text{CH}=\text{N}-$ ,  $-\text{C}\equiv\text{C}-$ ,  
 $-\text{CH}_2-\text{O}-$ ,  $-\text{CO}-$ ,  $-\text{O}-$ , 単結合を表し、その向きはいずれでもよい。

【0039】 $X$ ,  $Y$ ,  $Z$ は $B_1$ ,  $D_1$ ,  $E_1$ における置換基であり、それぞれ独立に $-\text{H}$ ,  $-\text{Cl}$ ,  $-\text{F}$ ,  $-\text{Br}$ ,  $-\text{I}$ ,  $-\text{OH}$ ,  $-\text{OCH}_3$ ,  $-\text{CN}$ ,  $-\text{NO}_2$ を表す。 $l$ ,  $m$ ,  $n$ はそれぞれ独立に0~4の整数を表す。

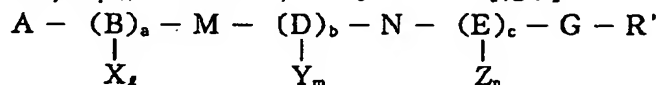
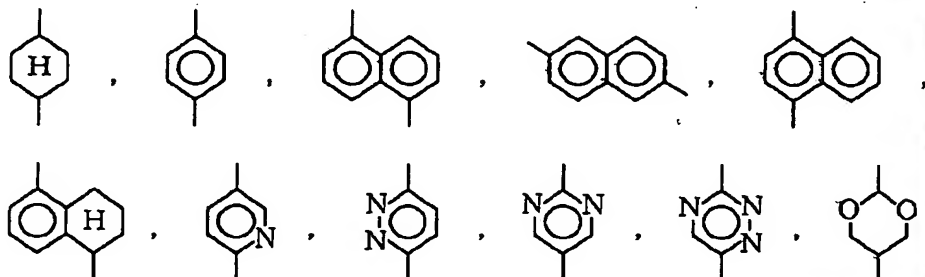
【0040】 $G_1$ は $-\text{COO}-\text{C}_e\text{H}_{2e}-$ ,  $-\text{O}-\text{C}_e\text{H}_{2e}-$ ,  $-\text{C}_e\text{H}_{2e}-$ ,  $-\text{OSOO}-$ ,  $-\text{OOSO}-$ ,  $-\text{SOO}-$ ,  $-\text{SOOC}_e\text{H}_{2e}-$ ,  $-\text{OC}_e\text{H}_{2e}-\text{OC}_e\text{H}_{2e}-$ ,  
 $-\text{C}_e\text{H}_{2e}-\text{N}(\text{C}_p\text{H}_{2p+1})-\text{SOO}-$ ,  $-\text{C}_e$   
 $-\text{H}_{2e}-\text{N}(\text{C}_p\text{H}_{2p+1})-\text{CO}-$  ( $e$ ,  $e'$ はそれぞれ独立に1から20までの整数を表し、 $p$ は1から4までの整数を表す。)を表す。

【0041】 $A_1$ は $-\text{O}-\text{C}_f\text{H}_{2f}-\text{O}-\text{C}_g\text{H}_{2g+1}-$ ,  $-\text{C}_f\text{H}_{2f}-\text{O}-\text{C}_g\text{H}_{2g+1}-$ ,  $-\text{C}_f\text{H}_{2f}-\text{R}'$ ,  $-\text{O}-\text{C}_f\text{H}_{2f}-\text{R}'$ ,  $-\text{COO}-\text{C}_f\text{H}_{2f}-\text{R}'$ ,  $-\text{OCO}-\text{C}_f\text{H}_{2f}-\text{R}'$  ( $\text{R}'$ は $-\text{Cl}$ ,  $-\text{F}$ ,  $-\text{CF}_3$ ,  $-\text{NO}_2$ ,  $-\text{CN}$ ,  $-\text{H}$ ,  $-\text{COO}-\text{C}_f\text{H}_{2f+1}$ ,  $-\text{OCO}-\text{C}_f\text{H}_{2f+1}$ を表し、 $f$ ,  $f'$ ,  $g$ はそれぞれ独立に1から20の整数を表す。)を表し、 $A_1$ は直鎖でも分岐鎖でも良い。

【0042】 $R$ は $-\text{C}_w\text{F}_{2w+1}$ であり、 $w$ は1から20までの整数を表す。) 一般式(2)

【0043】

【化6】

(式中、 $B$ ,  $D$ ,  $E$ はそれぞれ独立に

を表し、 $a$ ,  $b$ ,  $c$ はそれぞれ独立に0または1から3の整数を表す。ただし $a+b+c$ は少なくとも2である。

【0044】 $M$ ,  $N$ はそれぞれ独立に、 $-\text{COO}-$ ,  $-\text{COS}-$ ,  $-\text{COSe}-$ ,  $-\text{COTe}-$ ,  $-(\text{CH}_2\text{C}$   
 $\text{H}_2)-$  ( $d$ は1から4の整数を表す)、 $-\text{C}\equiv\text{C}-$ ,  
 $-\text{CH}=\text{CH}-$ ,  $-\text{CH}=\text{N}-$ ,  $-\text{CH}_2-\text{O}-$ ,  $-\text{CO}-$ ,  $-\text{O}-$ , 単結合を表し、その向きはいずれでもよい。

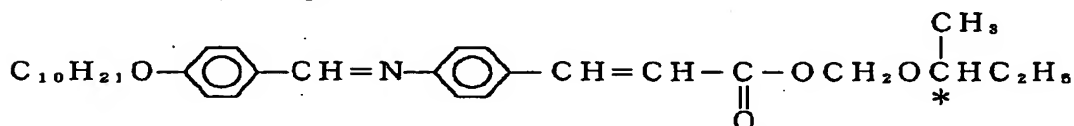
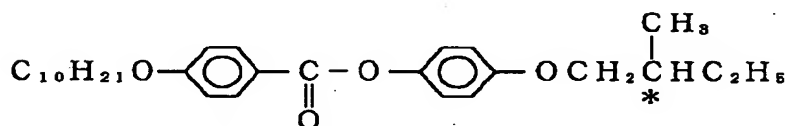
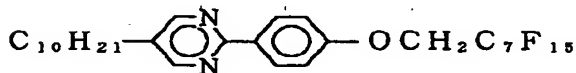
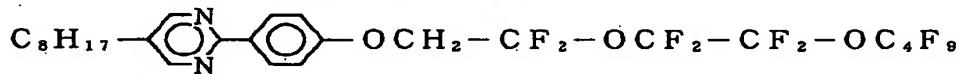
【0045】それぞれの $X$ ,  $Y$ ,  $Z$ は独立に $-\text{H}$ ,  $-\text{C}$

17

l, -F, -Br, -I, -OH, -OCH<sub>3</sub>, -CH<sub>3</sub>, -CF<sub>3</sub>, -OCF<sub>3</sub>, -CN, -NO<sub>2</sub>を表す。それぞれの l, m, n は独立に 0~4 の整数を表す。

【0046】Gは -COO-C<sub>6</sub>H<sub>2e</sub>-, -O-C<sub>6</sub>H<sub>2e</sub>-, -O(C<sub>6</sub>H<sub>2e</sub>O)<sub>t</sub>-C<sub>6</sub>H<sub>2e</sub>-, -C<sub>6</sub>H<sub>2e</sub>-, -OSO<sub>2</sub>-, -SOO-, -SOOC<sub>6</sub>H<sub>2e</sub>-, -C<sub>6</sub>H<sub>2e</sub>-N(C<sub>p</sub>H<sub>2p+1</sub>)-SOO-, -C<sub>6</sub>H<sub>2e</sub>-N(C<sub>p</sub>H<sub>2p+1</sub>)-CO- (e, e' はそれぞれ独立に 1 から 20 までの整数を表し、p は 0 から 4 までの整数を表す。e'' はそれぞれの (C<sub>6</sub>H<sub>2e</sub>O) に独立に 1 から 10 の整数を表わし、t は 1 から 6 の整数を表わす。) を表す。

【0047】Aは -O-(C<sub>f</sub>H<sub>2f</sub>-O)<sub>u</sub>-C<sub>h</sub>H<sub>2h+1</sub>, -(C<sub>f</sub>H<sub>2f</sub>-O)<sub>u</sub>-C<sub>h</sub>H<sub>2h+1</sub>; -C<sub>f</sub>H<sub>2f</sub>-W, -O-C<sub>f</sub>H<sub>2f</sub>-W, -COO-C<sub>f</sub>H<sub>2f</sub>-W, -



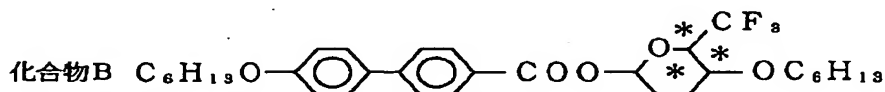
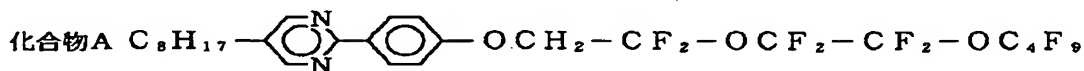
【0052】

【実施例】本発明の効果を実証する為に以下の実験を行った。

※【0053】本実験で用いた液晶化合物を以下に示す。

【0054】

※40 【化8】



【0055】本組成物（重量比；化合物A／化合物B＝90／5）の物性パラメータを以下に示す。

【0056】

【化9】

19

20

68℃      42℃      -14℃  
相転移温度    Iso → SmA → SmC\* → Cryst

(DSCによる測定)

チルト角 (30℃)  $\Theta = 25.8^\circ$

自発分極 (30℃)  $P_s = -22.6 \text{ (nC/cm}^2\text{)}$

$\delta$  (層傾き角)  $= 0^\circ$  に近い状態 (30℃付近)

先ず、図5に示したような液晶セルを以下の如く作製した。

【0057】厚さ1.1mmのガラス基板51a, b上に、透明電極52a, bとして約300nmのITO膜を形成し、更にスピコート法により配向制御膜を形成した。

【0058】2枚の基板の夫々には、異なる条件で膜形成を行った。即ち、一方の基板51aについては、東レ(株)社製LP64のN-メチルピロリドン/n-ブチルセロソルブの2/1の0.4重量%溶液を2700rpmの速度で回転しているガラス基板に垂らし、そのまま20秒回転させた。その後、80℃で5分間前乾燥を行った後、270℃で1時間加熱焼成処理を施した。尚、かかる方法により形成した配向制御膜53aの膜厚は3nmであった。配向処理としてはナイロン布によるラビング法を施した。

【0059】他方の基板51bについては、2000rpmの速度で回転しているガラス基板に溶液(シランカップリング剤; ODS-Eのエタノールの0.5重量%溶液)を垂らし、そのまま20秒回転させた。その後、80℃で5分間乾燥を行った後、180℃で1時間加熱乾燥処理を施した。

【0060】続いて、配向処理を施したガラス基板51a上にスベサ54として平均粒径2.0 $\mu\text{m}$ のシリカビーズを散布し、他方のガラス基板51bを重ね合わせてセルを作製した。

【0061】このセルに上記組成物をアイソトロピック相下で真空注入してから、実験1として4℃/minで室温まで徐冷することによって配向させ液晶素子を得た。以上のようにして作製した比較用の液晶素子についてコントラストを測定した結果、60であった。尚、この液晶素子について、偏光顕微鏡内での観察ではアイソトロピック相-スメクチックA相混在温度幅は4℃(69℃~65℃)であった。

【0062】ここで本発明における配向性評価の手法として行った配向状態及びコントラストの評価方法を説明する。

【0063】まず、配向状態については、クロスニコルに配置された偏光板内にサンドイッチされた、後述するような温度サイクル処理の施さない(実験1)又は施す(実験2~7)液晶素子について、夫々最後の徐冷過程におけるSmAの温度範囲の下限温度近傍の所定温度において観察する。その際に観察温度において光抜けする

領域があればそれが配向欠陥である。そして、更にクロスニコルを回転させ、その光抜けの領域(欠陥領域)が最暗状態となるような位置に合わせる。このクロスニコルの回転前後の二つの偏光軸のなす角を、欠陥領域におけるSm相の液晶分子が、正常な領域の液晶分子の方向からずれた角度、即ちスメクチック液晶層のレイヤーノマル(層の法線方向)のずれ角として、この大きさにより配向欠陥の程度を評価する。尚、上記の観察は、SmA相の温度範囲で連続して行う。

【0064】「欠陥×」スメクチック層の法線方向が一軸配向処理方向から大きく(5°以上)ずれた欠陥領域が存在する(少しでも存在すればこのように判定)。

「欠陥△」スメクチック層の法線方向が少し(1~5°)ずれた欠陥領域が存在する(少しでも存在すればこのように判定)。

【0065】「欠陥なし」スメクチック層の法線方向が1°以上ずれた領域が全く存在しない状態。

【0065】クロスニコルに配置された偏光板間に後述するような温度サイクル処理の施されていない(実験1)又は施された(実験2)液晶素子を、SmC\*相を示す温度で、同様に図6(A)に示す駆動波形(20V、1/3バイアス、1000デューティー)を印加する。次にパルス幅を変化させ、双安定反転のしきい値パルス幅において駆動時の最暗透過光強度が得られる角度に素子を回転し、その時の透過光強度を図6(B)のようにIb、その位置において液晶分子が反転したときの透過光強度Iwをホトダイレクタで検出し、その比(Iw/Ib)をコントラストの評価値とした。均一配向が得られていないときは、配向欠陥からの光漏れによりIb値が大きくなりコントラストは小さくなる。

【0066】次に、実験2, 3, 4として、上記実験1の液晶素子をアイソトロピック相-スメクチックA相転移温度(69℃)よりも3℃低い66℃まで4℃/minで昇温し、10分間保持した後再び4℃/minで室温(30℃)まで徐冷する工程をそれぞれ1, 3, 5回繰り返した結果(室温での保持時間は10分とする)、コントラストは下記表1のようになった。

【0067】また、実験5, 6, 7として、上記実験1の液晶素子をアイソトロピック相-スメクチックA相転移温度(69℃)よりも1℃低い68℃まで4℃/minで昇温し、10分間保持した後再び4℃/minで室温(30℃)まで徐冷する工程をそれぞれ1, 3, 5回繰り返した結果(室温での保持時間は10分とする)、コントラストは下記表1のようになった。

【0068】

【表1】



	実験1	実験2	実験3	実験4	実験5	実験6	実験7
温度サイクル数	0	1	3	5	1	3	5
コントラスト	60	100	120	120	115	120	115
配向状態	×	△	○	○	○	○	○

【0069】表1に示されるように、前述の本発明による温度サイクル処理を施すことによって、特に層傾き角が0℃に近いブックシェルフ構造に近いカイラルスメクチック液晶においても、均一な配向状態を得ることが判る。

【0070】

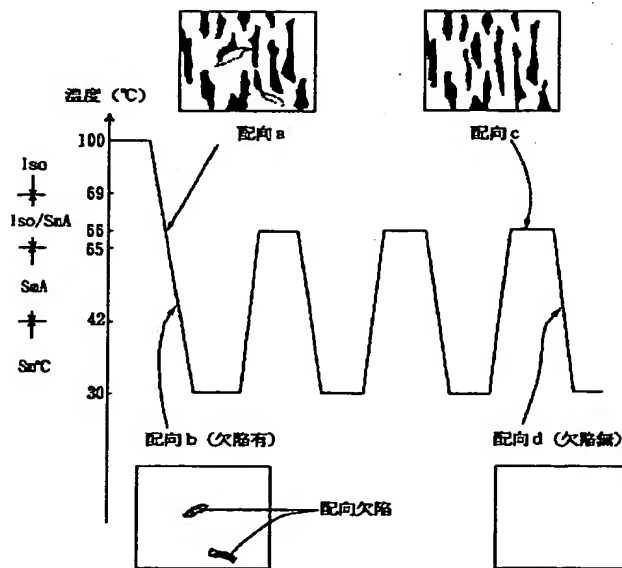
【発明の効果】以上説明した様に、本発明によれば、高速、高精細、高輝度、大面積化に好適とされる強誘電液晶を用いた素子において、ブックシェルフ構造あるいはそれに近い層傾きの小さな構造の液晶層を安定してとり、且つ特に優れた配向状態を得ることが可能となった。これにより、高コントラストであり、応答速度が早く、高精細、高輝度、大面積の液晶素子が実現される。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明に係る温度サイクルとその過程における液晶分子配向状態の一例を示す図である。

【図2】カイラルスメクチック液晶の各相をモデル化した図である。

【図1】



10 \* 【図3】カイラルスメクチック液晶の相転移過程を観察した結果を模式的に示した図である。

【図4】従来の単純冷却によって相転移させた液晶分子に発現していた配向欠陥を説明するための模式図である。

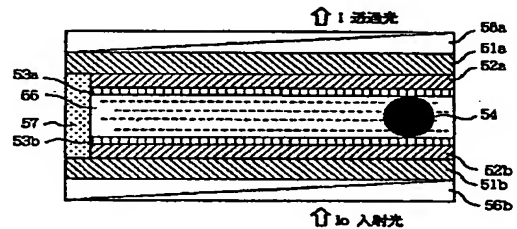
【図5】本発明の液晶素子に係るセル構成の一例を示す模式図である。

【図6】実施例にて示す液晶素子のコントラストの測定法を説明するための図である。

【符号の説明】

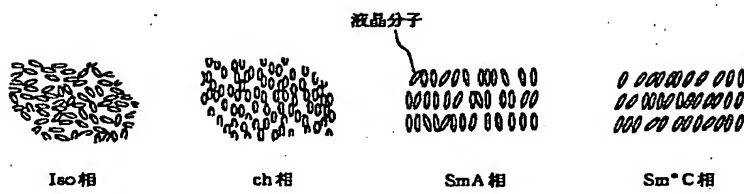
- 51a, b ガラス基板
- 52a, b 透明電極
- 53a, b 配向膜
- 54 スペース
- 55 液晶層
- 56a, b 偏光板
- 57 シール剤

【図5】

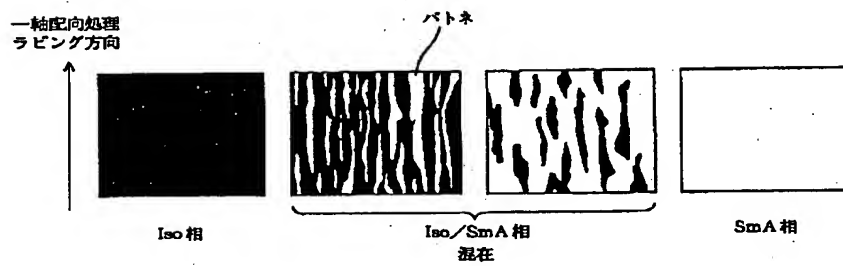




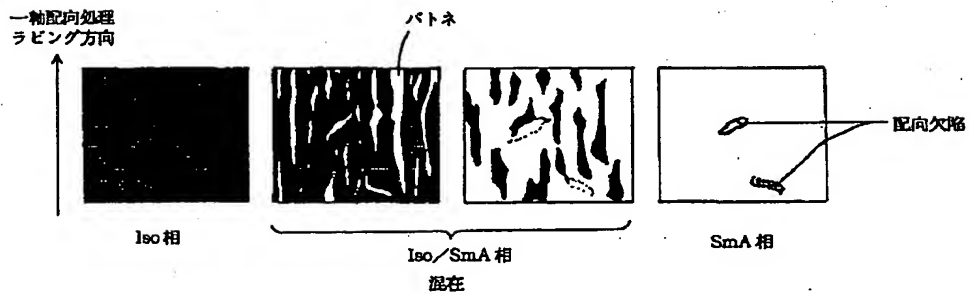
【図 2】



【図 3】



【図 4】



【図 6】

